

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3288:1997**

**VINOS Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACIÓN
DE ÁCIDO CÍTRICO.**

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada por el Comité Técnico de Normalización CT10, Presidencia del Comité Técnico-SCIA, Productores Diversos y aprobada por la COVENIN en la Sesión No. 146 de fecha 07/05/97.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades:

Miembros de Salud y Asistencia Social, Instituto Nacional de Higiene, Ministerio de Hacienda, Instituto de la Uva, CAVIN, Cámara Venezolana de la Industria Vinícola (CIVIA), Cámara de la Industria Venezolana de Especies Alcohólicas, Bodegas POMAR, Vinícolas del Zulia, C.A., Productores Ecuatorianos, C.A., Industrias Tercer Coronel, Maripán, S.A., Rivar de Venezuela, United Distillers de Venezuela, Paraguarí, IPECA.



PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no-gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT10: Productos Alimenticios** por el Subcomité Técnico **SC12: Productos Diversos** y aprobada por la COVENIN en su reunión No. 146 de fecha 07/05/97.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades:

Ministerio de Sanidad y Asistencia Social, Instituto Nacional de Higiene, Ministerio de Hacienda, Instituto de la Uva, CAVIN (Cámara Venezolana de la Industria Vitivinícola), CIVEA (Cámara de la Industria Venezolana de Especies Alcohólicas), Bodegas POMAR, Vitivinícola del Zulia, C.A., Productora Enotria, C.A., Industrias Tres Coronas, Marquint S.A., Riunite de Venezuela, United Distiller de Venezuela Pampero, IPECA.



NORMA VENEZOLANA
VINOS Y SUS DERIVADOS.
DETERMINACIÓN DE ÁCIDO CÍTRICO

COVENIN
3288:1997

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana contempla la determinación cuantitativa de ácido cítrico en vinos y sus derivados.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa

3 PRINCIPIO DEL ENSAYO

El ácido cítrico es fijado, junto con los otros ácidos de vino, por una resina cambiadora de aniones. Después se procede a la elución, la que se realiza fraccionadamente y separando el ácido citromálico, que es causa de error en la valoración de ácido cítrico.

El ácido cítrico es transformado por oxidación cuidadosa en acetona, la que se separa por destilación. El etanol arrastrado se oxida a ácido acético y se valora sola la acetona por iodometría.

4 APARATOS

4.1 Columna cambiadora de aniones. En una bureta de llave de 25 ml de capacidad, colocar un tapón de lana de vidrio en el fondo y verter 20 ml de resina Dowex 1 2.

Someter la resina a dos ciclos completos de regeneración con pasos alternos de solución N de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio. Lavar después con 50 ml de agua destilada, agitando la resina cuando los primeros ml de agua pasan por la columna para despegarla del fondo de la bureta.

Saturar la resina de iones acetato mediante el paso de 250 ml de una solución 4 N de ácido acético. Lavar luego con 100 ml de agua destilada.

4.2 Aparato para la oxidación. Aparato compuesto de matraz de cuello largo, atravesado lateralmente por el tubo afilado de embudo con llave, y en comunicación con refrigerante, según dimensiones y forma del diseño (fig. 1)

5 REACTIVOS

5.1 Resina Dowex 12 (50 - 100 mallas)

5.2 Solución 4 N de ácido acético.

5.3 Solución de 2,5 N de ácido acético.

5.4 Solución 2 N de hidróxido de sodio.

5.5 Ácido sulfúrico diluido al 1/5 (V/V).

5.6 Solución tapón pH entre 3,2 y 3,4. En un matraz aforado de 1 l introducir 150 g de fosfato monopotásico y 5 ml de ácido fosfórico puro ($d = 1,689$), y enrasar con agua destilada.

5.7 Solución de sulfato de manganeso de 50 g/l

5.8 Piedra pómez.

5.9 Solución 0,5 N de permanganato potásico.

5.10 Ácido sulfúrico diluido a 1 (V/V)

5.11 Solución 2 N de permanganato potásico.

5.12 Solución de sulfato ferroso de 40 g %

5.13 Solución 5 N de hidróxido de sodio.

5.14 Solución 0,02 N de iodo.

5.15 Solución 0,02 N de Tiosulfato sódico.

5.16 Engrudo de almidón.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Separación de los ácidos cítrico y citromálico. Hacer pasar 25 ml de vino a través de la columna cambiadora de aniones Dowex 12 en forma acética, a razón de 3 ml cada dos minutos. Lavar la columna con 20 ml de agua destilada en tres veces. Eluir los ácidos con 200 ml de solución 2,5 N de ácido acético, que se hace pasar por la columna a la misma velocidad. En esta fracción de eluido se encuentra, entre otros ácidos, el ácido citromálico que interesa eliminar.

6.1.1 Eluir los ácidos cítricos y tártricos haciendo pasar a través de la columna 100 ml de una solución 2 N de hidróxido de sodio, y recoger el eluido en el matraz del aparato de oxidación y destilación descrito.

6.2 Oxidación. En el matraz que contiene ya el eluido anterior, añadir ácido sulfúrico diluido a 1/5 (unos 20 ml), para llevar el pH entre 3,2 y 3,89, 25 ml de solución tapón pH entre 3,2 y 3,4, 1 ml de solución de

sulfato de manganeso y algunos gramos de piedra pómez. Tapar y conectar el matraz con el refrigerante, calentando hasta ebullición. Separar los primeros 50 ml destilados.

6.2.1 Colocar solución 0,05 N de permanganato de potasa en el embudo lateral de llave y verter en el matraz a razón de una gota por segundo, cayendo en el eluido en ebullición. El destilado se recoge en frasco de 500 ml de tapón esmerilado que contiene unos mililitros de agua. Continuar la oxidación hasta que la coloración parda del líquido acuse un exceso de permanganato.

6.3 Separación de la acetona. Si el volumen del destilado excede de los 90 ml, completar a 180 ml con agua destilada y utilizar la dosis doble de reactivos.

6.3.1 En estas condiciones (medio 0,5 N en ácido sulfúrico y 0,1 N en permanganato de potasio) el etanol es oxidado a ácido acético y la acetona permanece intacta.

6.3.2 Tapar el frasco y dejar en reposo durante 45 min. a la temperatura ambiente. Al cabo de este tiempo se destruye el exceso de permanganato adicionando solución de sulfato ferroso.

6.3.3 Destilar después y recoger 50 ml aproximadamente de destilado en un frasco de tapón esmerilado, que contenga 5 ml de solución 5 N de hidróxido sodico.

6.4 Valoración de la acetona. Añadir al contenido del frasco 25 ml de solución de iodo 0,02 N, si la dosis de ácido cítrico es superior a 0,6 gr/l será necesario añadir más solución de iodo, hasta que quede color amarillento que indicará este exceso. Duplicar o triplicar las dosis de iodo hasta llegar a este punto, pero si la riqueza en ácido cítrico es mayor de 1,5 g, comenzar otra vez el análisis con sólo 10 ml de vino.

6.4.1 Dejar en contacto el iodo añadido durante 20 min, permaneciendo el frasco tapado. Añadir 8 ml de ácido sulfúrico al 1/5 y valorar el exceso de iodo con tiosulfato 0,02 N en presencia de almidón.

6.4.2 Hacer una valoración en blanco en las mismas condiciones, sustituyendo los 50 ml de destilado por 50 ml de agua destilada.

7. EXPRESIÓN DE RESULTADOS.

El contenido de ácido cítrico expresado en g/l, se calcula con la siguiente expresión:

Donde:

V = Volumen en ml de la muestra de vino

V' = Volumen en ml de la solución de tiosulfato 0,02 N utilizado en la valoración en blanco (volumen gastado en el punto 6.4.2).

V'' = Volumen en ml de la solución de tiosulfato 0,02 N utilizado en la valoración del iodo en exceso (volumen gastado en 6.4.1).

8 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- 8.1 Fecha de realización del ensayo
- 8.2 Identificación completa de la muestra
- 8.3 Resultado del análisis realizado
- 8.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada
- 8.5 Nombre del analista
- 8.6 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

Manual de Análisis y Control de Calidad de Vinos y Alcoholes.

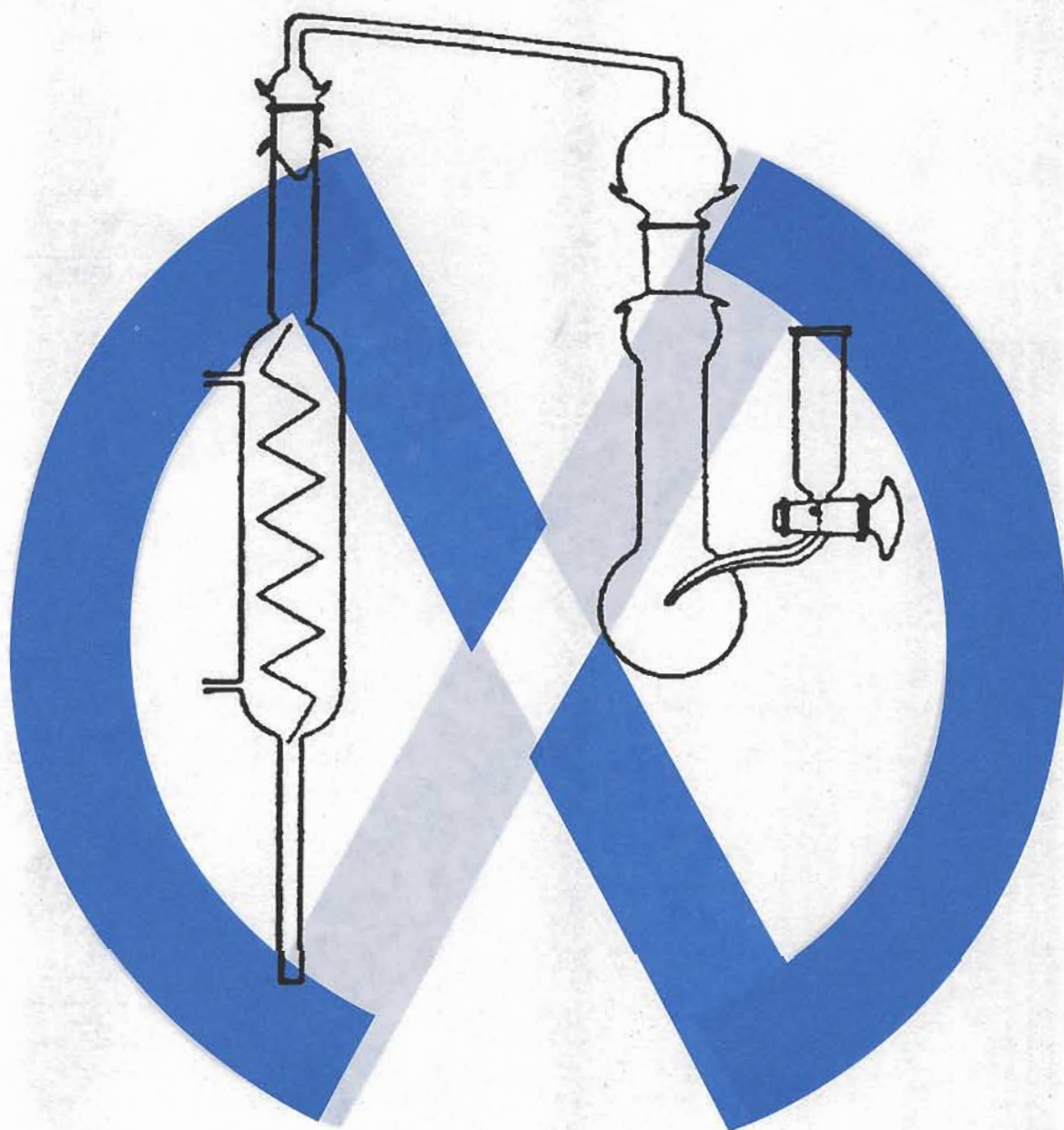


Figura 1. Aparato para la oxidación

COVENIN
3288:1997

CATEGORÍA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



ICS: 67.160.10

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN: 980-06-1842-5

Descriptores: Vino y sus derivados, determinación de ácido cítrico.